

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **06-158034**(43)Date of publication of application : **07.06.1994**

(51)Int.Cl.

C09K 3/18**C09K 3/00**(21)Application number : **05-212478**(71)Applicant : **TEXACO CHEM CO**(22)Date of filing : **27.08.1993**(72)Inventor : **ASHRAWI SAMIR S
COFFEY DAVID A**

(30)Priority

Priority number : **92 937011** Priority date : **31.08.1992** Priority country : **US****(54) ANTI-ICING COMPOSITION**

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an anti-icing composition which has a high viscosity when diluted with water and shows a highly pseudoplastic rheology, by composing the composition of an alkylene glycol component, a thickener, a specific surfactant and a specific hydrotrope.

CONSTITUTION: This composition comprises an alkylene glycol composition (e.g. propylene glycol), a thickener [e.g. a thickener comprising a predetermined mixture of polyacrylic acid and a copolymer of acrylic acid and one or more hydrophobic vinyl monomer (e.g. n-decylacrylate)], a low-molecular-weight nonionic polyoxyethylenealkylphenol ether surfactant and an alkylaryl sulfonate (e.g. sodium xylene sulfonate) hydrotrope.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-158034

(43)公開日 平成6年(1994)6月7日

(51)Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K	3/18	8318-4 H		
	3/00	1 0 2	8517-4 H	

審査請求 未請求 請求項の数2

(全15頁)

(21)出願番号 特願平5-212478

(22)出願日 平成5年(1993)8月27日

(31)優先権主張番号 937011

(32)優先日 1992年8月31日

(33)優先権主張国 米国 (U S)

(71)出願人 591000447

テキサコ・ケミカル・カンパニー

TEXACO CHEMICAL COM
PANY

アメリカ合衆国、テキサス 77056、ヒュ
ーストン、ポスト・オーク・ブールバード
3040

(72)発明者 セイマー・エス・アシュラウイ

アメリカ合衆国、テキサス 78759、オー
スチン、スクライプ・ドライブ 12218

(74)代理人 弁理士 津国 肇 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】氷結防止組成物

(57)【要約】

【構成】 アルキレングリコール成分、増粘剤、低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤、及びアルキルアリアルスルホナート・ヒドロトロップよりなる氷結防止組成物。

【効果】 水で希釈しても高い粘性を保有し、高度に擬似組成のレオロジー的性質を示す氷結防止組成物が得られる。処理後、低い剪断力のもとでは粘性が温度に影響されず、また長時間放置しても流出しないが、離陸時のような高い剪断力を受けると流出する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アルキレングリコール成分、増粘剤、低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤、及びアルキルアリアルスルホナート・ヒドロトロブよりなる氷結防止組成物。

【請求項 2】 エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール及びこれらの混合物よりなる群から選ばれるアルキレングリコール成分約 50 ないし約 65 重量%；約 2,500,000 ないし約 3,500,000 の重量平均分子量を有する少なくとも 1 種のポリアクリル酸が増粘剤ブレンドの約 65 ないし約 98%（ポリアクリル酸は、ジエンモノマーによって部分的に架橋されている）、及びアクリル酸と疎水性ビニルモノマーの少なくとも 1 種のコポリマーが増粘剤ブレンドの約 2 ないし約 35 重量%よりなる増粘剤ブレンド約 0.2 ないし約 0.8 重量%；該増粘剤ブレンド中のカルボン酸基の約 20 ないし 90 重量%を少なくとも部分的に中和する中和剤（中和剤は水酸化アルカリ金属、有機アミン塩基及びこれらの混合物よりなる群から選ばれる）；

式： $R^1 R^2 C_6H_5 - O - (CH_2 CH_2 O)_x - H$
〔式中、 R^1 は $C_n H_{(2n+1)}$ （式中、 n は平均値が約 8 ないし約 12 の範囲である）； R^2 は H 又は $C_n H_{(2n+1)}$ （式中、 n は平均値が約 8 ないし約 12 の範囲である）； C_6H_5 は置換されたベンゼン環であり、 x は約 1 ないし約 8 の範囲の平均値である〕を有する低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤約 0.1 ないし約 1.0 重量%；ならびに、トルエンスルホナート、キシレンスルホナート、クメンスルホナート、ナフタレンスルホナート及び 6 個以下の炭素原子を有する炭化水素鎖で一置換又は二置換されたベンゼンスルホナート類、炭素原子が 6 個以下の短いアルキル鎖を有するジカルボン酸類、6 個以下の炭素原子を有する短いアルキル鎖を有するアルキル化又はジアルキル化されたジフェニルオキシジスルホナート類；炭素原子が 8 個以下の炭化水素鎖を有するリン酸エステル類及びこれらの混合物の群のナトリウム、カリウム及びアンモニウム塩よりなる群から選ばれるアルキルアリアルスルホナート・ヒドロトロブを、組成物 1 g あたり約 0.001 ないし約 0.01 meq/g を含む氷結防止組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、氷結防止組成物に関し、より詳細には、界面活性剤とヒドロトロブとの組合せを含有する氷結防止組成物に関し、これらの組成物は、残留時間が長いために、航空機翼の氷結防止剤としての用途に特に適している。

【0002】

【従来の技術】 荒天時、凍結及び氷の付着を防止するた

め、航空機の翼表面の処理に使用される液状物質は、公知であり、冬季の航空機の安全で正常な離陸を確保するのに重要である。このような条件下に航空機の出発が往々にして遅延し、時間を延期して駐機しなければならない場合、氷結防止配合剤による再処理をしばしば余儀なくさせられることも、よく知られている。これらの液剤は両極端の温度のみならず、ポンピングや噴霧（翼への処理）及び離陸のための滑走の段階で安定であり、滑走と地上の風に抗して翼表面に付着していなければならない。液剤の想定された操作温度以下の特に寒い条件で液剤の使用を容易にするため、又は偶然に着氷性雨の条件によって、水で故意に希釈されて、液剤はいくらか薄められることがある。以上の諸条件に加えて、氷結防止材料はまた、特性が変化して、非常に低い粘性となり、離陸の比較的高い剪断条件で翼表面から流去するものでなければならない。このような組成物は、翼以外のその他の表面、例えば滑走路及び自動車道路表面の除氷又は氷結防止にも有用である。

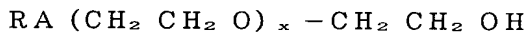
【0003】 多様な氷結防止組成物が公知である。例えば、米国特許第 4,744,913 号明細書は、グリコール及び水を基材とし、増粘剤として有用な架橋したアクリルポリマーを有し、さらに通常の腐食防止剤、アルキルアリアルスルホン酸のアルカリ金属塩の群に属する界面活性剤、及び pH を塩基の値に調整する中和剤を含む、氷結防止剤及び除氷剤を記載している。この試剤は、増粘剤として、二つの選ばれた架橋したアクリルポリマーを相互に特定の重量比で含むものである、すなわち、選ばれた架橋したアクリル酸又はアクリル酸のアルカリ金属塩のホモポリマー、及び選ばれた架橋したアクリル酸/アクリルアミド又はアクリル酸のアルカリ金属塩/アクリルアミドのコポリマーを、2:1 ないし 10:1 の重量比で含む。中和剤は、それぞれが選ばれた量の三つの化合物、すなわち第一のアルカリ性化合物として、アンモニア、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン及び/又はトリエタノールアミン、第二のアルカリ性化合物として水酸化カリウム、そして第三のアルカリ性化合物として別の水酸化アルカリ金属である。この新規な試剤は、極寒温度及び低い剪断速度においても比較的低い粘性を有し、極端な条件下でも航空機の離陸に際して試剤が急速かつ完全に流去するという特別な利点を示すことが見出された。

【0004】 氷結防止及び着氷から保護するための別の液剤は、米国特許第 4,358,389 号明細書に記載されており、それによって、特に航空機の金属表面を、急速かつ完全に氷、霜、雪などから解放し、比較的時間、着氷に対して表面を保護することができる。この液剤は、本質的に数種の成分、すなわち (a) グリコール類、(b) 水、(c) 増粘剤、(d) 水に不溶の物質、(e) 界面活性剤、(f) 腐食防止剤、及び (g) アルカリ性化合物よりなる。量は、いずれの場合にも非常に

特異的であり、成分(a)及び(b)の量は、液剤の全重量に比較して、少なくとも94%である。そのpH値は7.5ないし10である。成分(c)の増粘剤は、該特許明細書に詳細に記載されている架橋したポリアクリレートであり、米国特許第2,923,692号にも記載されている。

【0005】米国特許第4,954,279号明細書は、ある種の増粘剤(例えば、天然及び合成ゴム、セルロースエーテル類、カルボキシメチルセルロース及びヒドロキシエチルセルロース)、乳化剤、実質的に水に不溶である程度極性の油及びアルカノールアミン類を含む水/グリコール溶液中の油のミクロ乳濁液よりなり、効果的な除氷及び氷結防止の性質を付与するのに必要な、所望の粘性及び剪断安定性を具備する組成物を記載している。この乳化剤は、有機のリン酸エステル類、ホスホン酸エステル類、硫酸エステル類、スルホン酸エステル類、脂肪酸塩類、アルコール類、フェノール類、アミン類、脂肪酸類及びそれらのポリオキシアルキレン誘導体のような、陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤、及びこれらの混合物である。

【0006】他の溶解促進剤の不存在下に、陰イオン性、非イオン性及び陽イオン性の湿潤剤を用いた雪又は氷の層の融解を促進する組成物は、米国特許第3,412,030号明細書に記載されている。陰イオン性湿潤剤は、12ないし15の炭素原子を有する少なくとも1個のアルキル基を有するアルキルアリールスルホナートである。非イオン性湿潤剤は、式：



(式中、Aはエーテル状酸素及び硫黄、アミノ、カルボン酸エステル及びチオカルボン酸エステル基よりなる群から選ばれ、Rは8ないし18の炭素原子を有する飽和又は不飽和炭化水素基又はアラルキル基であり、xは1〜20である)を有するアルキルオキシエーテル類及びエステル類、並びにチオエーテル類及びエステル類よりなる群から選ばれる。

【0007】英国特許第1,272,464号明細書は、エチレングリコール、プロピレングリコール及びグリセリンの1種以上；ジイソアルキルフェノールのポリエチレングリコールエーテル；及び、アクリル酸又はメタクリル酸のコポリマーである増粘剤よりなる、アルコール成分の水溶液を含む氷結防止液を開示している。

【0008】本発明に用いたのと同様に、コポリマーが粘性付与の調節剤として作用する、ポリアクリル酸、及びポリアクリル酸とビニルモノマーとのコポリマーのブレンドを用いて粘性を付与した氷結防止組成物は、ここに参考文献として掲げるTexaco Chemical CompanyのEdward C. Niehによる米国特許第5,118,435号明細書に記載されている。この二つのポリマーは増粘剤ブレンドを形成する。ポリアクリル酸は、約2,500,000ないし約3,500,000の重量平均分子量を有し、ジエンモノマーで僅

かに架橋していてもよい。この組成物もまた、プロピレングリコール、ジエチレングリコール及びこれらの混合物のようなアルキレングリコール成分を含んでいる。これらの組成物は、水で希釈した場合にも高い粘性を有し、所望の流去特性を示す高度に擬似塑性のレオロジーを示す。増粘剤ブレンドのカルボン酸基を少なくとも部分的に中和する中和剤も、好適に含まれる。

【0009】本発明の背景の最初のパラグラフに記載した性能を演ずるあらゆるレオロジー的性質を示す、航空機の増粘された氷結防止組成物への要望は、今もなお存在している。組成物を水で希釈した場合、液剤が高い粘性を保有しているのなら、やはり好都合である。この氷結防止液は、ポンピング及び/又は噴霧に由来するような剪断を受ける間には安定であり、翼のような表面上で物理的に安定であり、離陸待機の間、特に着水性雨の間、又は例えば一般に湿気のある寒い状態では、組成物による再処理を比較的長時間にわたって遅らせ、又は回避させるべきである。

【0010】

20 【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、したがって、組成物を水で希釈しても同程度に高い粘性を保有する凍結防止組成物を提供することである。

【0011】本発明のもう一つの目的は、凍結防止組成物が航空機の氷結防止組成物として用いられる場合、所望の流去特性を有するような、高度に擬似塑性のレオロジーを示す凍結防止組成物を提供することである。

【0012】この発明の別の目的は、ポンピング及び/又は噴霧操作中に剪断安定性のある凍結防止組成物を提供することである。

【0013】

30 【課題を解決しようとする手段】本発明の諸目的を遂行するために、アルキレングリコール成分；増粘剤；低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤；及びアルキルアリールスルホナート・ヒドロトロブを有する氷結防止組成物が、一つの形で提供される。

40 【0014】低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤をアルキルアリールスルホナート・ヒドロトロブと一緒に含み、増粘したプロピレングリコールをベースとする、航空機の翼への氷結防止配合剤が、特に有利であることが見出された。低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤及びアルキルアリールスルホナート・ヒドロトロブの両者が、この発明の配合剤に用いられる場合、優れたレオロジー的性質及び残留時間を有する除氷剤/氷結防止剤が得られる。これらの性質は、(1)着水性雨の降る長時間、翼上に残留し；(2)ポンピング及び/又は噴霧に対する剪断安定性があり；(3)氷結防止剤が翼から流去するような、高い対気速度に伴う高い剪断速度で低い粘性を有する、航空

機の翼への氷結防止剤に要求される諸条件に適合する。本発明の氷結防止組成物は、翼以外の用途があることが予想される：例えば、空港の滑走路又は自動車道路などに使用されることが予想される。

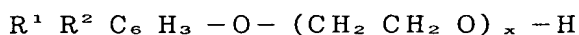
【0015】本発明の氷結防止組成物は、好都合なレオロジーを保持しながら着氷防止の性能に予想外の改良を施した。優れた残留期間は、ヒドロトロブとして機能することが見出された、アルキルアリアルスルホナートの少量を含有させることによって得られた。低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテルの添加が、性質を一層改善することが見出された。低分子量のポリオキシエチレンエーテル（例えば、エチレンオキシド単位を約4.0モル含有する）は、除氷組成物中の同じ濃度での高分子量のポリオキシエチレンエーテル（エチレンオキシド単位を9.5モル含有する）よりも有意に良好であった。

【0016】アルキレングリコール

本発明の氷結防止組成物の最大の単一成分は、1種またはそれ以上の異なるアルキレングリコール類より構成されるアルキレングリコール組成物である。例えば、アルキレングリコールは、単に例示としてであるが、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール及びこれらの混合物より選ばれる。特に記載しないその他のアルキレングリコールも、同様に有用である。いくつかの実施態様において、アルキレングリコール成分は、全氷結防止組成物の少なくとも50%であるが、約65重量%以下である。好適な実施態様において、アルキレングリコール成分は、全組成物に基づいて約50ないし約55重量%の範囲である。

【0017】この発明の一つの実施態様において、配合剤は、凍結防止成分としてプロピレングリコールに基づいている。しかしながら、本発明の液剤の所望の性質に悪影響を及ぼすのでなければ、配合剤はエチレングリコール、ジエチレングリコール又はジプロピレングリコールを含有していてもよい。

【0018】低分子重量非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤は、この発明の氷結防止組成物に必要な成分である。これらの界面活性剤は、式：



〔式中、 R^1 は $C_n H_{(2n+1)}$ （式中、 n は平均値が約8ないし約12の範囲である）； R^2 は H 又は $C_n H_{(2n+1)}$ （式中、 n は平均値が約8ないし約12の範囲である）； C_6H_5 は置換したベンゼン環であり、 x は約1ないし約8、最も好適には約3ないし約8の範囲である〕を有する。ここで x は、アルキルフェノール付加物に付加したエチレンオキシドの平均モル数を意味する。エチレンオキシド付加の分布は、通常のポリオキシエチ

レンアルキルフェノールエーテルのように広範であっても、又はある種の「集中した（peaked）」ポリオキシエチレンエーテルのように限定されていてもよい。

【0019】氷結防止組成物中の低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤の量は、約0.1ないし約1.0重量%、好ましくは約0.4ないし約0.7重量%の範囲である。好適な低分子量の非イオン界面活性剤は、Surfonic N-40（登録商標）界面活性剤（Texaco Chemical Companyの製品、ノニルフェノールの4.0モルEO付加物）である。下記に示すように、Surfonic N-95（ノニルフェノールの9.5モルEO付加物）は、この発明に用いるには高すぎる分子量を有している。しかしながら、6モルのEOを有するSurfonic N-60は、この発明に用いることができる。ある状態では、1種を越える界面活性剤を用いるのが好ましいことが期待される。実際、N-60及びN-40の混合物が、この発明に用い得ることを示す。

【0020】アルキルアリアルスルホナート・ヒドロトロブ

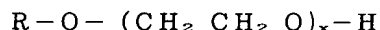
ヒドロトロブとは、難溶性有機化学物質の水溶性を増加させる性質を有する化学物質であると理解される。疎水性本体に対するヒドロトロブ投入量の比は高い。この発明に好適なヒドロトロブは、アルキルアリアルスルホナート類であって、これは難溶性である上記の低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤に対するヒドロトロブとして役立つ。ヒドロトロブのアルキル基は、炭素原子が6個以下の比較的短いものである。許容されるアルキルアリアルスルホナート・ヒドロトロブは、限定するものではないが、トルエンスルホナート；キシレンスルホナート；クメンスルホナート；ナフトレンスルホナート及びベンゼンスルホナート、又は6個以下の炭素原子を有する炭化水素鎖で一置換若しくは二置換されたベンゼン若しくはナフトレンスルホナートの何れかよりなる群のナトリウム、カリウム若しくはアンモニウム塩である。この発明の非イオン界面活性剤を、この発明の増粘したプロピレングリコール配合剤と相溶性にするその他のヒドロトロブも、本発明の範囲内であると理解されるべきである。これらは、限定される必要はないが、炭素原子が6個以下の短いアルキル鎖を有するジカルボン酸類；6個以下の炭素原子の短いアルキル鎖を有するアルキル化又はジアルキル化されたジフェニルオキシジスルホナート類；例えば、脂肪族アルコール又はアルキルフェノールのような短い炭化水素鎖（炭素原子が8個以下）を有するリン酸エステル類、及びこれらの混合物である。

【0021】アルキルアリアルスルホナート・ヒドロトロブは、全配合剤1グラム当たり約0.001meqないし約0.01meqの量で存在するべきである。好ましくは、アルキルアリアルスルホナート・ヒドロトロブ

は、約0.002 meq/g ないし約0.006 meq/g の割合で存在する。ある配合剤では、1種を越えるヒドロトロブを用いるのが望ましいことが予想される。

【0022】任意のポリオキシエチレンアルコールエーテル非イオン界面活性剤

本発明の不凍液組成物の任意の成分は、航空機表面の濡れを改善することができる非イオンアルコール界面活性剤であることが予想される。この界面活性剤は、組成物の過度な発泡の一因となつてはならない。一つの実施態様において、この界面活性剤は、全組成物に基づいて約0.1ないし約0.5重量%のレベルで用いられる。好適な界面活性剤は、限定される必要はないが、長鎖脂肪族アルコールのポリオキシエチレンエーテル、エチレンオキシドとプロピレンオキシドのブロックコポリマー、及び関連した非イオン界面活性剤並びにこれらの混合物である。一つの実施態様において、このような任意のポリオキシエチレンアルコールエーテル非イオン界面活性剤は、式：



〔式中、Rは $C_nH_{(2n+1)}$ （式中、nは約8ないし約18の範囲の平均値を有する）；そしてxは約1ないし約10の範囲の平均値を有する〕を有する。ここで、xはアルキルフェノール付加物に付加されるエチレンオキシドの平均モル数である。エチレンオキシドの分布は、通常のポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテルのように広範であってもよく、又はある種の「集中した」ポリオキシエチレンエーテルのように限定されていてもよい。

【0023】増粘剤

長期間の翼表面への付着が重要な場合もある航空機用の氷結防止組成物のような、氷結防止組成物に用いられる場合、特に使用に際して高い又は一定した粘性及び／又は擬似塑性レオロジーが望ましい場合に、ある種のポリマー及びコポリマーが、増粘剤ブレンドとして一緒に用いられると、所望の粘性を付与する。このような増粘剤は、ここに参考文献として掲げる米国特許第5,118,435号明細書に詳細に記載されている。その他の増粘剤も、ここに記載した増粘剤ブレンド以外に、本発明の組成物に有用であることが予想される。

【0024】この増粘剤ブレンドは、アクリル酸のポリマーであって、アクリル酸のホモポリマー及びコポリマーの両者からなる。増粘剤ブレンドは、少なくとも2種の異なるポリマーを含んでいる。第一のポリマーは、ポリアクリル酸であるのが好ましい。いくつかの実施態様において、ポリアクリル酸は、約2,500,000 ないし約3,500,000 の重量平均分子量を有している。ここで用いられるポリアクリル酸とは、置換したポリアクリル酸をも包含する。しかしながら、ポリアクリル酸は、この組成物に用いられるグリコール類に難溶であり、ポリ（メタ）アクリル酸も使用することができるけれども、いく

つかの置換したポリアクリル酸はまた、実際に用いる適切なグリコール類に不溶なことがある。このポリマーは、氷結防止組成物中でその溶解性に深刻に影響を及ぼさないが、機械的な剪断安定性を付与するに十分に高い、低レベルの架橋密度でジエンモノマーと僅かに架橋されていてもよい。好適なジエン架橋剤の例としては、必ずしも限定される必要はないが、1, 3-ブタンジオールジアクリレート、1, 3-ブタンジオールジメタクリレート、1, 4-ブタンジオールジアクリレート、1, 4-ブタンジオールジメタクリレート、1, 6-ヘキサジオールジアクリレート、1, 6-ヘキサジオールジメタクリレート、ジエチレングリコールジアクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、ジビニルベンゼン；及びこれらの混合物が挙げられる。第一の増粘剤組成物の例としては、必ずしも限定される必要はないが、B. F. Goodrich Co.の製品であるCarbopol（登録商標）672 及び934 ポリアクリル酸が挙げられる。

【0025】増粘剤ブレンドの第二のポリマーは、アクリル酸又はその誘導体のコポリマー、及び疎水性のビニルモノマーである。この第二のポリマーは、疎水性調整剤としても注目される。このコモノマーのアクリル酸分は、置換したアクリル酸、例えば特にメタクリル酸であり、あるいはメチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、ヘキシルアクリレート及びこれらの混合物である。ビニルモノマーは、不飽和の疎水性ビニル型のどのような好適なモノマーでもよく、限定するものではないが、n-デシルアクリレート、n-デシルメタクリレート、イソデシルアクリレート、イソデシルメタクリレート、ラウリルアクリレート、ラウリルメタクリレート、n-オクチルアクリレート、n-オクチルメタクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート；及びこれらの混合物である。アクリル酸のホモポリマー及びアクリル酸と疎水性ビニルモノマーとのコポリマーは、適切なフリーラジカル重合開始剤による開始によるような、適切な公知の付加重合法のいずれかによって作られる。これらの疎水性調整剤コポリマーの例としては、必ずしも限定するものではないが、B. F. Goodrich Co.の製品であるCarbopol 1610、1621 及び1622増粘剤が挙げられる。

【0026】増粘剤成分は、氷結防止又は凍結防止組成物中に、約0.2ないし約0.8重量%、好ましくは約0.26ないし約0.48重量%の量で存在する。本発明の一つの実施態様において、増粘剤成分又はブレンドの約65ないし約98%はポリアクリル酸であり、このブレンドの約2ないし約35重量%はアクリル酸と疎水性ビニルモノマーとのコポリマーである。本発明の一つの実施態様において、さらに好ましい範囲は、増粘剤ブ

ブレンドの約75ないし95%がポリアクリル酸、増粘剤ブレンドの約5ないし25%がアクリル酸（又はその誘導体）と疎水性ビニルモノマーとのコポリマーである。最も好ましい範囲は、増粘剤ブレンドの約80ないし90%がポリアクリル酸、増粘剤ブレンドの約10ないし20%がアクリル酸（又はその誘導体）と疎水性ビニルモノマーとのコポリマーである。これらの配合剤は、予測しがたい方法で相互に影響する複雑な混合物であることは明らかである。加工される組成物は、各種成分の量のみならず、それらの正確な化学構造及び性質によって異なるので、上記及び下記に記載された化合物の適切な量及び割合を正確に明示し得ないことが、理解されるべきである。

【0027】中和剤

ポリアクリル酸のホモポリマー及びコポリマーが用いられる増粘剤である場合、少なくとも部分的にそれらを中和するために、ポリアクリル酸のホモポリマー及びコポリマーと共に、中和剤を用いるのが好ましい。中和剤は、水酸化アルカリ金属、有機アミン塩基及びこれらの混合物よりなる群から選ばれてよい。下記の腐食防止剤は、中和剤としても有用であろう。必要な中和剤の量は、中和剤の分子量並びに特定の配合剤に用いられるポリアクリル酸の量及びポリマーに含まれる遊離の酸基の量によって決定される。一般に、塩基性中和剤は、増粘剤ブレンドにおけるカルボン酸基の約20ないし約90%を中和しなければならない。好ましくは、カルボン酸基の30ないし80%を中和するのに十分な塩基が存在する。

【0028】腐食防止剤

腐食防止剤も、凍結防止組成物の成分として好ましいが、任意の成分である。腐食防止剤は、航空機の氷結防止組成物の技術分野において通常用いられる腐食防止剤のいずれであってもよく、一つの実施態様において、いくつかを例示すると、トリルトリアゾールのアルカリ金属塩もしくはベンゾトリアゾールのアルカリ金属塩、又はこれらの混合物であるのが好ましい。この腐食防止剤は、開放された電荷の影響下に起こり得る燃焼からグリコール類を保護するのにも役立つ。本発明の別な実施態様において、腐食防止剤は、組成物の約0.2ないし約0.5重量%存在し、増粘剤ブレンドのポリアクリル酸を中和するのにも役立つ。

【0029】水

通常、脱イオン水は前記の氷結防止組成物の平衡をもたらす。氷結防止の目的に必要なならば、脱イオン水が組成物を希釈するのに用いられる。

【0030】配合法

本発明の氷結防止組成物は、所望により、上記の成分を単に混合することによって、簡単に作られる。二種類の一般法が用いられる。第一に、一工程法では、氷結防止組成物は、必要な性質に必要な割合で所望の成分を混合

して、直接に作られる。簡単であるという利点があるけれども、最適の配合が得られる前に、試行錯誤を反復して、調合には非常に多くの調整がなされなければならない。

【0031】あるいは、第一の組成物は、第一の粘性を有する所望の成分を用いて作られる。次に、第二の組成物は、同じ成分を用いて作られるが、割合を変えることで第一の組成物の第一の粘性と異なる第二の粘性を生成する。一般に、第一の粘性が最終の水結防止組成物における所望のそれよりも低い（又は、高い）場合、適当な成分の割合を変えて、第一の粘性よりも高い（又は、低い）第二の組成物における第二の粘性が得られる。最後に、第一の組成物及び第二の組成物は、一緒に混合されて所望の成分及び所望の目的とする粘性（第三の粘性は第一及び第二の粘性の間であり、異なっている）を有する最終の水結防止組成物を生成する。第一及び第二の組成物の間で調整された成分の割合は、それらの粘性、例えば増粘剤の割合、増粘剤組成物（2種の増粘剤のブレンドが用いられる場合）、水酸化アルカリ金属及び水などを修正することは明らかである。

【0032】二工程法を用いて、ある最終の水結防止組成物を形成するのに十分な実験が行なわれたならば、この技術分野で普通に精通した技術者にとって、最適な配合剤を形成する一工程法を効率的に決定することが容易であるのは明らかである。

【0033】

【発明の効果】本発明の組成物は、水で希釈された場合にも高い粘性を保有することが見出された。この特性は、これらの配合からは予期しないものである。さらに、この組成物は高度に擬似塑性のレオロジーを示し、所望の流去特性を示す。すなわち、この組成物は、十分に長期間、航空機表面に保留されるが、比較的高い剪断力のもとでは流動化する。低い剪断条件下に、これらの物質の粘性は、約-25℃から20℃の間の温度変化に、比較的影響を受けることがない。この特徴から、航空機に使用される液剤の厚さがある程度予想され、広い温度範囲での残留時間の予測が可能である。

【0034】実際、本発明の配合剤が標準試験の条件で剪断力をかけた後、それらの残留時間は少なくとも30分である。後述のように、本発明の低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤及びアルキルアリールスルホナート・ヒドロトロップの組合せを用いない組成物の残留時間は30分以下である。氷結防止組成物が、処理に用いてから航空機の離陸まで、たとえこれが悪条件で長時間であるとしても、できるだけ安定であることは重要である。氷結防止組成物の重要な性質は、ポンピング及び噴霧のような剪断効果に安定であるが、高い剪断条件では翼から流去することである。本発明の物質は、これらの環境に必要な安定性に優れた性質を示す。実際、これらの物質は、Dr

raft #6 SAEref J89A2 "Proposed Aerospace Material Specification for Fluid, Aircraft Deicing/Anti-Icing (SAE Type 11)" (Section 3.2.4 "Anti-icing Performance)、米国において近い将来に採用されることが予定されている、より厳密な次世代の仕様書 (S. A. E. は Society of Automotive Engineers を意味する) に記載された剪断安定性及び残留時間の所要条件に適合している。これらの仕様書は、すでに欧州では採用されている。

【0035】

【実施例】本発明を、以下の実施例によってさらに説明する。

【0036】例 1

Carbopol 672及び1621の85:15の混合物であるポリ
アクリル酸樹脂の3%水溶液 (68.0g)、プロピレ
ングリコール (308.5g)、PMC Specialities
Group (シンシナティ市、オハイオ州) の製品である
Cobratex TT-50S (登録商標) トリトリアゾール溶液
(腐食防止剤/中和剤/燃焼防止剤) (3.0g)、Su
rfonic N-40 (2.4g)、NaOHの2%水溶液 (2 20
2.0g)、キシレンスルホン酸ナトリウム・ヒドロト
ローブ (NaXS) の2%水溶液 (31.2g) 及び脱*

表 1

例 1 - 非剪断液剤

温 度 (°C)	温度の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
+20	7,800	4,900	2,820	1,920	1,350	978	650
0	6,000	4,300	2,890	2,170	1,680	1,320	890
-10	5,500	4,300	3,240	2,660	2,190	1,790	-
-20	2,000	1,600	1,300	1,120	940	782	640

【0039】

※ ※【表 2】

表 2

例 1 - 非剪断液剤 (*:除外)

水 (%)	0°Cでの水希釈の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
0*	5,700	4,000	2,680	2,040	1,560	1,230	917
5	9,600	6,420	4,120	3,060	2,330	1,800	-
15	15,700	10,600	6,740	4,800	3,420	2,480	-
25	23,600	16,300	9,990	6,740	4,550	-	-

【0040】この実施例の剪断力をかけた氷結防止剤
は、着氷性雨の条件で、36.92分の平均残留時間を
有していた。市販されている氷結防止剤、Kilfrost ABC
-3 [Kilfrost Ltd. (Northumberland市、英国) の製
品] は、同一条件で約32分の平均残留時間を有してい 50

*イオン水 (164.9g) よりなる組成物を調製した。

このブレンドの粘性は、ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13Rにより、0.3rpmで測定して、0°Cで5,400cPであった。脱イオン水の代わりに2%NaOH水溶液の2gを用いた以外は、同じ量から別のブレンドを調製した。同じ条件下で6,300cPのブレンドを得た。これらの二種のブレンドを、0°Cで6,000cPのブレンドになるように混合した。得られた製品は、僅かに不透明で無色の溶液であった。

10 【0037】剪断安定性、レオロジー的性質及び氷結防止性能は、Draft #6 SAE ref J89A2 "Proposed Aerospace Material Specification for Fluid, Aircraft/Deicing/Anti-icing (SAE Type 11)" に記載された方法を用いて測定した。表1及び表2は、温度、剪断速度及び水希釈に伴うブレンド粘性の変化を示す。この実施例の液剤の機械的安定性は、表1における非剪断液剤の0°Cにおける粘性の性質、及び表2における0%水希釈での剪断力をかけた液剤の粘性の性質と比較して明らかである。剪断試験は、これらの製品のボンピング及び噴霧の間に起こり得る剪断の型を模擬したものである。

【0038】

【表 1】

た。

【0041】例 2

上記と同一比率のCarbopol 672及び1621ポリアクリル酸樹脂の3%水溶液60g、NaOHの2%水溶液6.2g、及び脱イオン水196.4gを用いた以外は例1と

同様に、組成物を調製した。この製品は、例 1 と同じ粘度計ローターを用い、0℃、0.3 rpm で 1,600cP のブレンドであった。2% NaOH 水溶液の 15 g の代わりに脱イオン水を用いた以外は同じ量を用いて、第二のブレンドを調製し、11,300cP のブレンドを得た。これら 2 種のブレンドを、0℃で 5,900cP のブレンドになるように混合した。

【0042】諸性質は、前記と同様に測定した。表 3 及*

表 3

例 2 - 非剪断液剤

温 度 (℃)	温度の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローター SC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
+20	6,200	4,000	2,340	1,610	1,140	825	555
0	5,900	4,200	2,760	2,050	1,570	1,230	910
-10	4,400	3,400	2,560	2,180	1,870	1,560	-
-20	1,800	1,600	1,300	1,120	950	800	673

【0044】

※20※【表 4】

表 4

例 2 - 非剪断液剤 (*:除外)

水 (%)	0℃での水希釈の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローター SC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
0*	5,200	3,700	2,460	1,880	1,440	1,130	845
5	9,000	6,100	3,800	2,790	2,120	1,660	-
15	17,000	11,000	6,720	4,780	3,480	-	-
25	22,400	15,400	9,580	6,530	4,420	-	-

【0045】この実施例の剪断力をかけた氷結防止剤は、着氷性雨の条件で 32.8 分の平均残留時間を有していた。

【0046】例 3

Carbopol 672 の 1621 に対する比率を 95 : 5 とし、プロピレングリコール 313.5 g、NaOH の 2% 水溶液 17 g、及び脱イオン水 166.9 g を用いた以外は例 1 と同様に、組成物を調製した。前記と同一条件で 5,300cP のブレンドを得た。2% NaOH 水溶液の 3.40 g の代わりに脱イオン水を用いた以外は同じ量を用い

* 及び表 4 は、温度、剪断速度及び水希釈に伴うブレンド粘性の変化を示す。この実施例の液剤の機械的安定性は、表 3 における非剪断液剤の 0℃における粘性の性質、及び表 4 における 0% 水希釈での剪断液剤の粘性の性質と比較して明らかである。

【0043】

【表 3】

て、第二のブレンドを調製し、7,000cP のブレンドを得た。これら 2 種のブレンドを、0℃で 6,000cP のブレンドになるように混合した。

【0047】表 5 及び表 6 は、温度、剪断速度及び水希釈に伴うブレンド粘性の変化を示す。この実施例の液剤の機械的安定性は、表 5 における非剪断液剤の 0℃における粘性の性質、及び表 6 における 0% 水希釈での剪断力をかけた液剤の粘性の性質と比較して明らかである。

【0048】

【表 5】

表5
例3 - 非剪断液剤

温 度 (℃)	温度の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
+20	6,100	4,000	2,380	1,670	1,200	880	602
0	6,000	4,300	2,930	2,220	1,730	1,380	-
-10	5,900	4,600	3,460	2,860	2,360	1,920	-
-20	3,200	2,400	1,800	1,530	1,260	1,040	646

【0049】

* * 【表6】

表6

例3 - 非剪断液剤 (*:除外)

水 (%)	0℃での水希釈の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
0*	5,900	4,200	2,840	2,150	1,670	1,340	-
5	8,700	6,000	3,860	2,840	2,160	1,680	-
15	10,800	7,320	4,660	3,410	2,580	1,960	-
25	12,400	8,500	5,490	4,010	2,920	2,110	-

【0050】この実施例の剪断力をかけた氷結防止剤は、着氷性雨の条件で32.33分の平均残留時間を有していた。

【0051】例4 (比較例)

Carbopol 672及び1621の95:5の混合物である樹脂の3%水溶液(64.2g)、Cobratec TT-50S (3.0g)、プロピレングリコール(310.9g)、2%NaX S (3.5g)、NaOHの2%水溶液(23.0g)、及び脱イオン水(195.4g)よりなる組成物を用いた。ただし、低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤は加えなかった。このブレンドは、0℃で10,400cPの粘性を有し※

表7

例4 (比較例) - 非剪断液剤

温 度 (℃)	温度の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
+20	5,900	4,000	2,360	1,670	1,190	872	587
0	6,000	4,200	2,800	2,060	1,550	1,180	831
-10	4,200	3,400	2,480	1,910	1,540	1,230	918
-20	1,900	1,600	1,300	1,150	1,010	874	728

【0054】

【表8】

※いた。2%NaX Sの0.6g及び2%NaOHの4.0gの代わりに脱イオン水を用いた以外は同じ量を用いて、第二のブレンドを調製した。このブレンドは、0℃で1,200cPの粘性を有していた。6,000cPのブレンドが得られるように、2種のブレンドを混合した。

【0052】表7及び表8は、温度、剪断速度及び水希釈に伴うブレンド粘性の変化を示す。この比較例の液剤の機械的安定性は、表7における非剪断液剤の0℃における粘性の性質、及び表8における0%水希釈での剪断力をかけた液剤の粘性の性質と比較して明らかである。

【0053】

【表7】

表 8

例 4 (比較例) - 非剪断液剤 (*:除外)

水 (%)	0℃での水希釈の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
0*	5,900	4,200	2,760	2,030	1,520	1,150	819
5	8,000	5,550	3,510	2,530	1,860	1,390	962
15	12,100	7,850	4,700	3,290	2,340	1,690	-
25	10,000	6,780	4,120	2,880	2,060	1,480	980

【0055】この比較例の剪断力をかけた氷結防止剤は、着水性雨の条件で単に 27.88 分の平均残留時間を有していた。この値は、実施例 1~3 で得られた本発明の配合剤のそれよりも、相当に少ない。

【0056】例 5 (比較例)

Carbopol 672 及び 1621 の 85 : 15 の混合物である樹脂の 3% 水溶液 (68.0 g)、Cobrattec TT-50S (3.0 g)、プロピレングリコール (308.5 g)、Surfonic N-95 (2.4 g)、2% NaXS (6.2 g)、20 NaOH の 2% 水溶液 (30.0 g)、及び脱イオン水 (181.9 g) よりなる組成物を調製した。ただし、低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェ*

* ノールエーテル界面活性剤の代わりに、比較的高分子量の界面活性剤 (ノニルフェノールの 9.5 モル E O 付加物) を添加した。得られたブレンドは 0℃ で 5,200 cP の粘性を有していた。

【0057】表 9 及び表 10 は、温度、剪断速度及び水希釈に伴うブレンド粘性の変化を示す。この比較例の液剤の機械的安定性は、表 9 における非剪断液剤の 0℃ における粘性の性質、及び表 10 における 0% 水希釈での剪断力をかけた液剤の粘性の性質と比較して明らかである。

【0058】

【表 9】

表 9

例 5 (比較例) - 非剪断液剤

温 度 (℃)	温度の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
+20	7,800	5,000	2,880	1,940	1,350	960	628
0	5,200	3,800	2,480	1,860	1,400	1,070	763
-10	1,900	1,600	1,200	1,050	875	732	582
-20	600	550	600	550	510	470	421

【0059】

※ ※ 【表 10】

表 10

例 5 (比較例) - 非剪断液剤 (*:除外)

水 (%)	0℃での水希釈の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
0*	5,200	3,700	2,460	1,830	1,380	1,060	759
5	12,100	8,000	4,780	3,330	2,360	1,710	-
15	17,000	11,000	6,280	4,250	2,950	2,080	-
25	17,300	11,200	6,420	4,310	2,960	2,070	-

【0060】この比較例の剪断力をかけた氷結防止剤は、着水性雨の条件で単に 21.67 分の平均残留時間を有していた。この値は、実施例 1~3 で得られた本発明の配合剤のそれよりも相当に低く、非イオン性ポリオ

キシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤を用いない比較例 4 のそれよりも低い。

【0061】例 6 (比較例)

Carbopol 672 及び 1621 の 95 : 5 の混合物である樹脂の

3%水溶液(64.2g)、プロピレングリコール(311.0g)、Cobratec TT-50S(3.0g)、Surfonic N-95(3.0g)、2%NaOH(27.9g)、及び脱イオン水(190.9g)よりなる組成物を調製した。ただし、アルキルアリールスルホナート・ヒドロトロープは用いなかった。得られたブレンドは、0℃で6,100cPの粘性を有していた。

【0062】表11及び表12は、温度、剪断速度及び*

表11

例6(比較例) - 非剪断液剤

温度 (℃)	温度の関数としての粘性(cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
+20	5,900	4,000	2,420	1,710	1,220	890	598
0	6,100	4,400	2,900	2,150	1,620	1,230	879
-10	4,400	3,200	2,380	1,820	1,520	1,240	930
-20	2,100	1,600	1,300	1,150	985	870	735

【0064】

※20※【表12】

表12

例6(比較例) - 非剪断液剤(*:除外)

水 (%)	0℃での水希釈の関数としての粘性(cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
0*	6,100	4,400	2,860	2,110	1,590	1,210	854
5	9,600	6,200	3,920	2,810	2,040	1,220	-
15	15,100	10,000	5,680	3,900	2,730	1,940	-
25	14,600	9,000	5,480	3,780	2,640	1,870	-

【0065】この比較例の剪断力をかけた氷結防止剤は、着氷性雨の条件で単に20.96分の平均残留時間を有していた。この値は、実施例1~3で得られた本発明の配合剤のそれよりも相当に低く、比較例4及び5のそれよりも低い。

【0066】例7~9(比較例)

表13は、同表に組成を示す例7~9によって調製され

*水希釈に伴うブレンド粘性の変化を示す。この比較例の液剤の機械的安定性は、表11における非剪断液剤の0℃における粘性の性質、及び表12における0%水希釈での剪断力をかけた液剤の粘性の性質と比較して明らかである。

【0063】

【表11】

た配合剤を包含する各種配合剤の、着氷性雨に対する耐性試験との要約である。これらは、本発明の添加物を含有する液剤を、含有しない液剤と比較するのに利用できるであろう。

【0067】

【表13】

表 13
着氷性雨に対する耐久性試験

成分\例 No.	比 較 例				実施例	
	7	8	9	4	3	1
脱イオンH ₂ O中の PG (又はEG)	あり	あり	(あり)	あり	あり	あり
TT-50S ^{*1}	あり	あり	あり	あり	あり	あり
CP672/1621(1610) ^{*2}	(95/5)	95/5	75/25	95/5	95/5	85/15
非イオン界面活性剤 (重量%)	N-95 0.5	N-95 0.5	N-95 0.5	なし なし	N-40 0.4	N-40 0.4
ヒドロトロブ	なし	なし	なし	NaXS	NaXS	NaXS
中和剤	NaOH	NaOH	NaOH	NaOH	NaOH	NaOH
残留時間 (分:秒)	18:45	22:00	24:19	27:53	32:20	36:55

(注) *1: トリルトリアゾール

*2: Carbopolポリアクリル酸樹脂

【0068】例10 (比較例)

Carbopol 672及び1621の95:5の混合物である樹脂の3%水溶液(64.2g)、プロピレングリコール(310.9g)、Cobratec TT-50S(3.0g)、2%NaOH(17.5g)、6%クメンスルホン酸ナトリウム(8.6g)、及び脱イオン水(195.8g)よりなる組成物を調製した。ただし、非イオン界面活性剤は 30 用いなかった。得られたブレンドは、0℃で6,000cPの粘度を有していた。

*【0069】表14及び表15は、温度、剪断速度及び水希釈に伴うブレンド粘性の変化を示す。この比較例の液剤の機械的安定性は、表14における非剪断液剤の0℃における粘性の性質、及び表15における0%水希釈での剪断力をかけた液剤の粘性の性質と比較して明らかである。

【0070】

【表14】

*

表 14

例10 (比較例) - 非剪断液剤

温 度 (℃)	温度の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.5	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
+20	5,700	3,800	2,320	1,620	1,180	872	589
0	6,000	4,200	2,890	2,200	1,680	1,300	952
-10	4,800	3,800	2,800	2,320	1,900	1,540	-
-20	2,500	2,100	1,800	1,580	1,370	1,180	983

【0071】

【表15】

表15
例10(比較例) - 非剪断液剤 (*:除外)

水 (%)	0℃での水希釈の関数としての粘性 (cP) rpm, ブルックフィールド粘度計のローターSC4-31/13R						
	0.3	0.6	1.5	3.0	6.0	12.0	30.0
0*	6,000	4,200	2,800	2,080	1,570	1,200	870
5	6,500	4,600	3,080	2,250	1,680	1,280	912
15	8,200	5,650	3,520	2,500	1,830	1,360	932
25	5,600	3,900	2,630	1,940	1,480	1,140	830

【0072】この比較例の剪断力をかけた氷結防止剤は、着水性雨の条件で単に23.88分の平均残留時間を有していた。この値は、実施例1~3で得られた本発明の配合剤のそれよりも相当に低く、比較例4及び5のそれよりも低い。

【0073】例11~15(例14、15は比較例) SurfonicN-シリーズのポリオキシエチレンノニルフェノールエーテルである各種の非イオン界面活性剤を、異なる濃度で用いて、各種の組成物を調製した。プロピレングリコール氷結防止剤の量は、使用した界面活性剤の量に適應させて調整した。この変量をyで示す。これらの組成物は前記の実施例に記載した二工程法で製した。

【0074】組成物は、Carbopol 672及び1621の85:15の混合物であるポリアクリル酸樹脂の3%水溶液(68.0g)、各種のプロピレングリコール(308.5-yg)、Cobratec TT-50S トリルトリアゾール溶液(3.0g)、SurfonicN-シリーズのポリオキシエチレンノニルフェノールエーテルである各種の界面活性剤の各種の量(2.4+yg)、NaOHの2%水溶

液(22.0g)、キシレンスルホン酸ナトリウム(NaXS)の2%水溶液(31.2g)、及び脱イオン水(164.9g)よりなる。適当な各種条件下でのこれらの組成物の粘性、それぞれの着水性雨試験での剪断後の粘性低下の百分率及び剪断力をかけた液剤の残留時間を、表16に示した。

【0075】例16

例1と同一の組成物を、一工程法で調製した。このことは、高粘性組成物及び低粘性組成物をともに混合して、適切な粘性が作られることを意味している。一工程法は実際の製造法を簡略にした。適当な各種条件下でのこの組成物の粘性、剪断後の粘性低下の百分率及び着水性雨試験における残留時間を、表16に示した。この情報を、比較の目的で、二工程法で作られた同じ組成物の同じデータとともに表17に示した。このデータは、一工程法が等しい性能を有する組成物を形成し得ることを、明白に示している。

【0076】

【表16】

表 16

異なる割合の各種界面活性剤が諸性質に及ぼす影響

例 No.	非 イ オ ン 界 面 活 性 剤 Surfonic N		温度／水希釈／回転速度 における粘性 (cP) * ¹			機 械 的 安 定 性	残 留 時 間 min* ²
	型	重量%	-20℃ 0% 0.3rpm	-10℃ 25% 30rpm	-20℃ 25% 30rpm	剪断による 粘性低下 %	
16	N-40	0.4	2,000	-	-	10	35.25
11	N-40/N-60 (1/1)	0.4	1,700	1,600	1,800	10	33.5
12	N-40/N-60 (1/1)	0.51	1,500	1,500	1,800	10	35.67
13	N-40/N-60 (1/1)	0.62	1,200	1,600	2,000	13	40.94
14	N-60/N-85 (1/1)	0.4	1,500	1,500	-	14	19.67
15	N-85	0.4	1,800	1,400	-	10	20.5

(注) *1: 条件はそれぞれ上から温度、水希釈、及び粘度計のローター
回転速度を表す。

*2: 液剤は、すべて試験前に剪断力をかけた。

【0077】比較的高分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤を、単一の界面活性剤 (例 15) 又は界面活性剤混合物の一部分 (例 14) としてのいずれかによる添加は、本発明の例 16 及び 11~13 の 30 分を越える (約 33 分または

それ以上) という残留時間に比べて、約 20 分という顕著に短縮した残留時間を与えていることが認められた。

【0078】

【表 17】

表 17

異なる割合の各種界面活性剤が諸性質に及ぼす影響

例 No.	非イオン 界面活性剤 Surfonic N		温度/水希釈/回転速度 における粘性 (cP) *1			機 械 的 安 定 性 剪断による 粘性低下 %	残 留 時 間 min*2
			-20℃ 0% 0.3rpm	-10℃ 25% 30rpm	-20℃ 25% 30rpm		
16*3	N-40	0.4	2,000	-	-	10	35.25
1*4	N-40	0.4	2,000	2,700	-	5	36.92
17*5	N-40	0.4	1,600	3,100	-	10	32.17

(注) *1: 条件はそれぞれ上から温度、水希釈、及び粘度計のローター
回転速度を表す。

*2: 液剤は、すべて試験前に剪断力をかけた。

*3: 一工程法による製品

*4: 二工程法による製品

*5: 二工程法による製品

【0079】特許請求の範囲に規定した本発明の精神及び範囲を逸脱することなく、本発明の方法に多くの変更が可能である。例えばこの技術分野に精通した技術者は、この明細書に明示していないが、予想される特別な化合物及び割合が、望ましい結果を生じることを発見できる。低分子量の非イオン性ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル界面活性剤の組合せ及び/又はア*

*ルキルアリールスルホナート・ヒドロトロブの組合せが、特別な利点を有することを見出だすことができる。氷結防止組成物はまた、除氷剤としての用途があり、翼以外の表面、例えば着氷のないことが必要な車両のフロントガラス及び風雨に当る固定表面もまた、これらの物質で処理しうることが理解される。

フロントページの続き

(72)発明者 デビッド・アンソニー・コフェイ
アメリカ合衆国、テキサス 78753、オー
スチン、エヌ・ラマー・ナンバー356
8912